

# Replikation diffraktiver optischer Elemente aus synthetischem Quarzglas nach dem Sol-Gel-Verfahren

Michael Baer, Silicaglas Ilmenau GmbH (SGIL)  
Roman Kleindienst, Stefan Sinzinger, TU Ilmenau

**Bei der Fertigung makroskopischer monolithischer Quarzglasprodukte mittels eines etablierten Sol-Gel-Verfahrens stellt sich die Frage, bis zu welcher minimalen Größe Oberflächenstrukturen präzise repliziert werden können, und ob die so erzeugten dreidimensionalen Strukturen zur Strahlformung geeignet wären. Die Entwicklungsergebnisse aus dem Projekt SINOMICS zeigen, dass das Sol-Gel-Verfahren tatsächlich eine Alternative zur Herstellung von Mikrostrukturen für z.B. diffraktive optische Elemente (DOE) aus synthetischem Quarzglas ist.**

Mikrostrukturierte Bauelemente zur effizienten Erzeugung definierter Beugungsmuster sind ein vergleichsweise junges Betätigungsfeld der modernen Optik. Während die Theorie der Beugung von Licht an Oberflächenstrukturen schon länger bekannt ist, konnten komplex strukturierte mikrooptische Bauelemente erst mit dem Aufkommen entsprechender Fertigungstechnologien z.B. aus der Halbleiterindustrie realisiert werden. Darüber hinaus ermöglichten die Entwicklungen auf dem Gebiet der Rechentechnik die Implementierung immer leistungsfähigerer Algorithmen zur Berechnung diffraktiver Strukturen und Simulation der zu erwartenden Intensitätsverteilung.

## 1 Stand der Technik

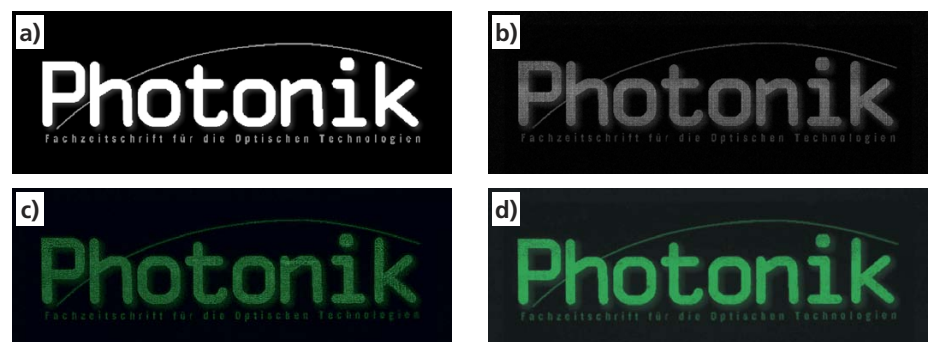
Trotz dieser rasanten technischen Entwicklung ist die Herstellung photonischer Mikrostrukturen, insbesondere in Substratmaterialien wie Glas oder Quarzglas, noch immer ein technisch komplexer Prozess. Strukturen im  $\mu\text{m}$ -Bereich für mikrofluidische und mikrooptische Anwendungen können in niedrigschmelzenden Low-Tg-Gläsern mittels Heißprägeverfahren gefertigt werden. Diese Gläser besitzen eine derart niedrige Transformationstemperatur, dass die Prägewerkzeuge thermisch nicht überbeansprucht werden, andererseits ist die Temperatur aber hoch genug, um die gewünschten Oberflächenstrukturen im viskosen Glas zu erzeugen. Dieses Replikationsverfahren erschließt, trotz einiger Beschränkungen der Low-Tg-Gläser, eine recht große Anzahl optischer Anwendungen und zeigt seine Stärken bei Kosteneffizienz und Tauglichkeit für die Massenproduktion. Allerdings eignet sich dieses Verfahren

nicht zur Anwendung bei Quarzglas, da für die hier erforderlichen Temperaturen von  $>1500^\circ\text{C}$  keine geeigneten Werkzeughmaterialien zur Verfügung stehen. Aus diesem Grund werden Quarzgläser typischerweise mit aufwendigen Ätzprozessen wie z.B. dem Reaktiven Ionenätzen (RIE-ICP) mikrostrukturiert. Die Qualität derartig gefertigter optisch relevanter Mikrostrukturen (Reproduzierbarkeit, Maßhaltigkeit, Oberflächenrauheit etc.) ist sehr hoch. Die Investitions- und Betriebskosten der benötigten Photolithographieanlagen, Ätzanlagen und Reinraumtechnik sind allerdings ebenfalls erheblich, was sich letztlich auch im Preis derartiger optischer Komponenten widerspiegelt.

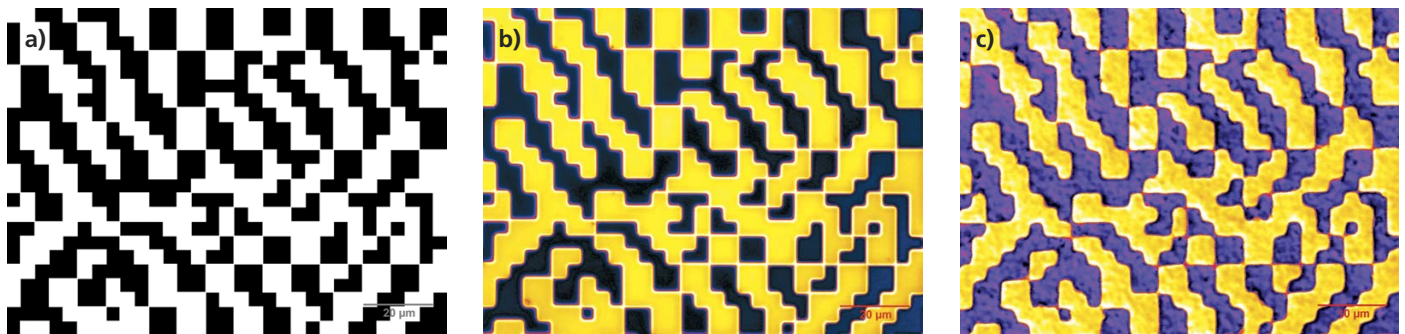
## 2 Grundlagen des hier verwendeten Sol-Gel-Verfahrens

Replikationstechniken sind insbesondere bei größeren Ausstoßmengen die ökonomischeren Alternativen. Das Sol-Gel-Verfahren zur Herstellung monolithischer Quarzglassteile zählt zu diesen Verfahren. Hierbei wird aus einer niederviskosen Dispersion ein Sol hergestellt, welches dann Siliziumdioxid ( $\text{SiO}_2$ ) in molekularer Form sowie als nanoskaligen Feststoff enthält. Das Sol wird in anwendungsspezifische Gießformen gegossen und auf chemischem Wege zum Erstarren (Gelieren) gebracht. Dabei formt das gelierende Sol die Konturen der Gießform ab. Bei der Gelierung verbindet sich das  $\text{SiO}_2$  im Sol im Zuge einer Kondensationsreaktion und bildet ein dreidimensionales Netzwerk mit offener Struktur.

Nach der Gelierung wird das Gelteil entformt und einer nachfolgenden Trocknung unterzogen. Im Trocknungsprozess wird dem Gelteil die Porenflüssigkeit unter kontrollierten Bedingungen entzogen, bis schließlich ein poröses Trockengel (Aerogel)



**Bild 1: Intensitätsverteilungen in der Beugungsebene des DOE: a) angestrebte Zielintensitätsverteilung, b) simulierte (Speckle-) Intensitätsverteilung bei vollständig kohärenter Beleuchtung, c) gemessene, durch das DOE erzeugte Intensitätsverteilung bei kohärenter Beleuchtung und d) bei „nachgeahmter“ partiell kohärenter Beleuchtung durch inkohärente Überlagerung von 36 Messungen bei kohärenter Beleuchtung an unterschiedlichen Stellen**



**Bild 2:** Beugungsstruktur im Design (a) sowie Weißlichtinterferenzmikroskop-Aufnahmen der entsprechenden Struktur im Abform-Master (b, bei 50-facher Vergrößerung) und im abgeformten SiO<sub>2</sub>-Diffusor (c, bei 100-facher Vergrößerung, negativ, gespiegelt)

oder Xerogel) entstanden ist, welches das reine SiO<sub>2</sub>-Gerüst aus der Gelierung darstellt. Die Schritte Solherstellung, Gießen und Gelierung finden bei Raumtemperatur und Normaldruck statt. Erst in einem letzten Prozessschritt werden dem Trockengel in einem Hochtemperaturofen Verunreinigungen bis in den ppb-Bereich hinein entzogen, und das abschließende Sintern bei etwa 1400°C verdichtet das Trockengel zu reinem, synthetischen Quarzglas. Am Ende des Sinterprozesses liegt ein Quarzglasteil vor, welches die geometrische Form der Gießform abbildet – allerdings ist es isotrop um 50% geschrumpft. Dieser Volumenschrumpf wird durch die große innere Oberfläche des Trockengels (bis 1000 m<sup>2</sup>/g) und die Oberflächenspannung im offenporigen Gelgerüst verursacht.

Der Charme des Sol-Gel-Verfahrens liegt in der einfach zu bewerkstelligen Replikation von Makro- bis hin zu Mikrostrukturen bei geringem technischen Aufwand. Die gewünschte Abformung entsteht bei Raumtemperatur im noch leicht zu verformenden Sol und ist nach vollständiger Gelierung des Sols (innerhalb weniger Minuten) abgeschlossen. Die niedrige Viskosität des gießfertigen Sols von ca. 100 mPas sowie seine sehr geringe Grenzflächenspannung sind während der Abformung von großem Vorteil. Das Risiko der Blasenanhftung an den Mikrostrukturen wird dadurch minimiert.

Auch die Bandbreite der einsetzbaren Materialien zur Herstellung der Gießformen ist sehr groß. So können, je nach Anwendungsfall, Kunststoffe, Metalle oder diverse Gläser als Formenmaterial eingesetzt werden. Im Normalfall können Gießformen aus diesen Materialien mehrere dutzende Male benutzt werden, da weder Sol noch entstandenes Gel mechanische oder chemische Abnutzung verursachen. Im hier beschriebenen Projekt wurden mikrostrukturierte Si-Wafer als Gieß-Master eingesetzt, da diese äußerst exakt strukturiert werden können.

### 3 Optikdesign

Um mit dem Sol-Gel-Verfahren qualitativ hochwertige optische Komponenten replizieren zu können, müssen alle geplanten Technologieschritte schon bei der Erstellung des Optikdesigns und der Fertigungsdaten berücksichtigt werden. So lassen sich prozessbedingte, systematische Formabweichungen kompensieren, wie insbesondere der Volumenschrumpf des Materials, aber auch Strukturgrößen- und Formabweichungen im Master, wie sie z.B. infolge einer zusätzlichen Antihftbeschichtung auftreten.

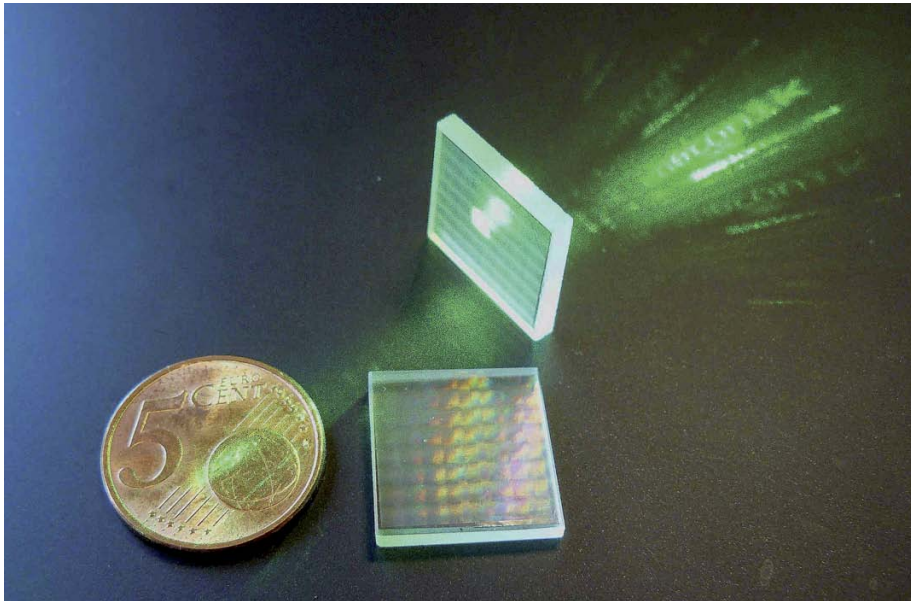
Die hier vorgestellten binären (zweistufigen) diffraktiven optischen Elemente (DOE) sind der Gruppe der optischen Fernfeld-Diffusoren zuzuordnen. Das heißt, die gewünschte Intensitätsverteilung wird bei kohärenter Beleuchtung der im Element abgeformten Beugungsstrukturen im Winkelraum erzeugt (Fraunhofer-Beugung). Die Zielverteilung kann mit Hilfe einer zusätzlichen Sammellinse (Fourierlinse) in deren Brennebene (Fourierebene) generiert werden [1]. Die Ausdehnung der Intensitätsverteilung hängt dann von dem durch das Element erzeugten Beugungswinkel und von der Brennweite der Fourierlinse ab.

Wie bei einem Hologramm enthält jeder Bereich eines optischen Diffusors die gesamte Information zur Erzeugung der gewünschten Intensitätsverteilung. Einerseits hat dies bei ausreichend großflächiger Ausleuchtung der Beugungsstrukturen eine Unempfindlichkeit der Komponente gegenüber einer lateralen Dejustage relativ zum Eingangsstrahl zur Folge. Andererseits werden beim optischen Diffusor unterschiedliche Anteile des Eingangsstrahlquerschnitts in der Zielebene überlagert. Dadurch entstehen bei kohärenter Beleuchtung Interferenzerscheinungen innerhalb der globalen Zielintensitätsverteilung in Form regelmäßiger Modulationen oder auch Speckles. Der Kontrast dieser Kleinwinkelmodulationen nimmt mit

sinkendem räumlichen Kohärenzgrad der Quelle ab. Somit kann beim Einsatz partiell kohärenter Lichtquellen wie z.B. Excimerlasern, LEDs und Multimode-Lasern eine Homogenisierung der Gesamtzielverteilung durch die inkohärente Überlagerung unterschiedlich modulierter Intensitätsverteilungen erreicht werden [2].

Um die Replizierbarkeit von Mikrostrukturen nach dem Sol-Gel-Verfahren zu demonstrieren, wurde als Zielstruktur das Photonik-Logo gewählt (**Bild 1a**). Die Berechnung der binären Phasenfunktion zur Erzeugung der angestrebten Intensitätsverteilung erfolgte auf Basis eines iterativen Algorithmus (z.B. IFTA, iterativer Fourier-Transformationsalgorithmus [3]) in Kombination mit einer Soft-Quantisierung. Dabei wird die komplexe Amplitude des Eingangswellenfeldes unter Einführung bestimmter Randbedingungen wiederholt ins Fernfeld und wieder zurück in die Elementebene ausgebreitet. In einer hinreichenden Zahl von Iterationen konvergiert der Algorithmus und liefert in der Elementebene eine Phasenfunktion, die im Fernfeld eine der geforderten Zielverteilung möglichst ähnliche Intensitätsverteilung erzeugt.

Ein Ausschnitt der berechneten Beugungsstruktur ist in **Bild 2a** gezeigt, wobei die dargestellten Flächenanteile des Diffusors der Eingangswellenfront einen Phasenhub von  $\pi$  aufprägen. Dies entspricht einem optischen Gangunterschied von  $\lambda/2$ , welcher im Material durch eine Höhendifferenz der Strukturen realisiert wird. Für die Wellenlänge des hier eingesetzten Beleuchtungslasers von 532 nm und bei einem Brechungsindex des Quarzglases von  $n_{543\text{nm}} = 1,4609$  ergibt sich demnach eine ideale Tiefe der Beugungsstrukturen von 577 nm. **Bild 1b** zeigt die simulierte Intensitätsverteilung bei räumlich vollständig kohärenter Beleuchtung mit einem maximal erzeugten Beugungswinkel der Nutzverteilung von 4,28°. Trotz Kleinwinkelmodulation (Speckles) ist das



**Bild 3: Binärer diffraktiver Diffusor aus synthetischem Quarzglas, erstmals repliziert in einem Sol-Gel-Abformprozess**

globale Zielintensitätsprofil (vgl. Bild 1a) gut zu erkennen.

## 4 Master-Fertigung

Zur Vorbereitung der lithographischen Fertigung des Abform-Masters wurden die berechneten Designdaten so skaliert, dass der prozessbedingte Materialschrumpf kompensiert wird. Anschließend erfolgte die Überführung in Layoutdaten und die Fertigung der Lithographiemaske.

Als Ausgangsmaterial für planare, binär mikrostrukturierte Abform-Master dienen häufig Si-Wafer. Mit Hilfe einer Feuchtoxidation wird ausgehend von der Substratoberfläche in das Material hinein eine  $\text{SiO}_2$ -Schicht erzeugt. Deren gut kontrollierbare Dicke wird auf die gewünschte Master-Strukturtiefe eingestellt, die wiederum der skalierten Strukturtiefe des abzuformenden Diffusors entspricht.

Im Anschluss wird auf dieser Schicht die Ätzmaske erzeugt. Dafür wird zunächst eine Lackschicht aufgebracht und mit der vorbereiteten Lithographiemaske in einem Mask Aligner belichtet. Infolge des Entwicklungsprozesses entstehen Lackstrukturen, die mit einem reaktiven Ionen-Ätzprozess (RIE) in die  $\text{SiO}_2$ -Schicht übertragen werden. Aufgrund der unterschiedlichen Zusammensetzung des Materials und der damit verbundenen Ätzraten selektivität stoppt der Ätzprozess beim Übergang von  $\text{SiO}_2$  zu Si nahezu vollständig, wodurch die Ätztiefe und damit die Strukturhöhe weitestgehend durch die  $\text{SiO}_2$ -Schichtdicke bestimmt ist.

Um beim Entformungsprozess die Haftung zwischen Sol-Gel und Master zu redu-

zieren und die Robustheit der Form zu erhöhen, wird abschließend eine 10 nm dicke PTFE-Schicht auf das strukturierte Substrat aufgebracht. Ein dem Designausschnitt in Bild 2a entsprechender Bereich des Abform-Masters ist **Bild 2b** zu sehen.

## 5 Herstellung der Diffusoren

Um den speziellen Anforderungen mikrostrukturierter Oberflächen gerecht zu werden, wurde der ansonsten standardisierte Sol-Gel-Prozess an einigen Stellen angepasst. So wurde das Sol einer verbesserten Dispergierung unterzogen, um die Größe verbliebener  $\text{SiO}_2$ -Aggregate und Agglomerate zu reduzieren. Weiterhin wurde das gießfertige Sol mit Hilfe monofiler Filter in mehreren Stufen bis in den unteren Mikrometerbereich hinein feinst filtriert. Damit keine oberflächlich anhaftenden Fremdpartikel die späteren Mikrostrukturen im Glas verfälschen, erfolgten die Handhabung der Gieß-Master und der Gießprozess selbst an einem Arbeitsplatz mit laminarem Luftvorhang. Die anschließenden Prozess-Schritte bis hin zum fertigen Quarzglas-Diffusor entsprachen wieder dem standardisierten Produktionsprozedere.

## 6 Charakterisierung

Das Ergebnis des Sol-Gel-Abformprozesses ist ein  $17 \times 17 \text{ mm}^2$  großer diffraktiver Diffusor aus 2,5 mm dickem synthetischem Quarzglas (**Bild 3**). An den abgeformten Strukturen (**Bild 2c**) wurde durch profilometrische Messungen eine Rauheit von  $R_a < 20 \text{ nm}$  ermittelt. Der

Vergleich zwischen dem Abformwerkzeug und den abgeformten Strukturen bestätigt den im Design angenommenen isotropen Schrumpf des Materials während des Sinterns auf jeweils 50% in Breite, Höhe und Tiefe. Im Element ergibt sich eine minimale laterale Strukturbreite von  $2 \mu\text{m}$  und eine mittlere Tiefe der Beugungsstrukturen von  $562 \text{ nm}$ , also nur  $15 \text{ nm}$  (2,6%) weniger als die angestrebte Tiefe von  $577 \text{ nm}$ .

Die bei kohärenter Beleuchtung des Diffusors erzeugte Intensitätsverteilung (**Bild 1c**)<sup>1</sup> stimmt qualitativ sehr gut mit der geforderten (Bild 1a) und simulierten (Bild 1b) Verteilung überein. Um die Homogenität der vom Diffusor erzeugten Intensitätseinhüllenden zu bestimmen, wurde eine partiell kohärente Beleuchtung zur Reduktion der Kleinwinkelmodulation nachgestellt. Dafür wurde die Komponente in verschiedenen Bereichen kohärent beleuchtet. Durch numerische inkohärente Überlagerung der erzeugten Speckelverteilungen resultierte letztendlich die Intensitätsverteilung in **Bild 1d**.

Daraus konnte eine Modulation der Einhüllenden von  $\pm 8\%$  und ein Beugungswinkel von  $4,282^\circ$  der Nutzverteilung ermittelt werden, d.h. eine Abweichung vom Sollwert von lediglich  $0,002^\circ$  (0,05%). Des Weiteren wurde eine dem theoretischen Maximum nahezu identische Beugungseffizienz des Gitters von ca. 61% (Fresnelverluste berücksichtigt) experimentell nachgewiesen. Infolge der minimalen Struktur-tiefenabweichung (2,6% im vorgestellten Beispiel) entfällt ein geringer un gebeugter Anteil der einfallenden Leistung auf die nullte Beugungsordnung. Prinzipiell kann mit derartigen binären diffraktiven Elementen eine Beugungseffizienz von über 80% erreicht werden.

## 7 Fazit

Die Messergebnisse zeigen, dass das hier vorgestellte Sol-Gel-Verfahren eine ernst zu nehmende Technologie zur Herstellung optisch aktiver Mikrostrukturen in Quarzglas ist. Zwar ist die Größe der Quarzglassubstrate derzeit aus prozesstechnischen Gründen noch auf ca.  $25 \times 25 \text{ mm}^2$  beschränkt, aber das Verfahren ist bereits in der Lage, kostengünstige und qualitativ hochwertige DOEs in kleineren und mittleren Serien hervorzubringen. Darüber hinaus erscheint das Verfahren prädestiniert, neben planaren optischen Elementen auch neuartige hybride Optiken mit

<sup>1</sup> Aus messtechnischen Gründen wurden die Intensitätsverteilungen mit einer Monochromkamera aufgenommen und anschließend in Bild 1c und 1d entsprechend der Beleuchtungswellenlänge von  $532 \text{ nm}$  eingefärbt.

asphärischen oder freigeformten Oberflächen und darauf integrierten optisch aktiven Mikrostrukturen in einem attraktiven Preisbereich zu realisieren. Weiterführende Untersuchungen dazu werden folgen.

Die Arbeiten wurden teilweise finanziert durch das BMBF innerhalb des Forschungsprojekts „Skalenübergreifende Integration von Nanodraht-Heterostrukturen mit Optischen Mikrosystemen für Innovative Chemische Sensoren – SINOMICS“ (FKZ: 16SV5384).

## Literaturhinweise:

- [1] J.W. Goodman, *Introduction To Fourier Optics (Third Edition)*, Roberts & Company Publishers (2004)
- [2] S. Sinzinger, R. Kleindienst, *Microoptics and Free-form Optical Beam Shaping*, Landoldt-Börnstein, New Series Vol. III/1, *Laser Physics and Applications*, (H. Weber, Hrsg.), Springer-Verlag (2010)
- [3] R.W. Gerchberg, W.O. Saxton, *A Practical Algorithm for the Determination of Phase from Image and Diffraction Plane Pictures*, *Optik*, Vol. 35, No. 2, 237-246 (1972)

## Ansprechpartner:

Michael Baer  
Silicaglas Ilmenau GmbH  
Gewerbering 8  
D-98704 Langewiesen  
Tel. 03677/468080  
Fax 03677/468085  
info@silicaglas.com  
www.silicaglas.com



Roman Kleindienst  
ILMOS –  
Ilmenau Optics Solutions  
Sinzinger, S. und  
Kleindienst, R. GbR  
Thomas-Mann-Straße 11  
98693 Ilmenau  
Tel. 036450/159004  
kleindienst@ilmos.de  
www.ilmos.de



Prof. Stefan Sinzinger  
Technische Universität  
Ilmenau  
Fakultät für Maschinenbau  
Institut für Mikro- und  
Nanotechnologien  
Fachgebiet Technische  
Optik  
Helmholtzring 1  
D-98693 Ilmenau  
Tel. 03677/69-2490  
Fax 03677/69-1281  
stefan.sinzinger@tu-ilmenau.de  
www.tu-ilmenau.de/to

